

PROCESS FOR PRODUCING MICROPOROUS FOAM COMPOSED OF ESSENTIALLY ANORGANIC ELEMENTS

Publication number: WO9210440

Publication date: 1992-06-25

Inventor: MEYER FRANK (DE); RANDEL PETER (DE); RIECKS BIRGIT (DE)

Applicant: HUELS TROISDORF (DE); BAUER SCHAUM CHEM (DE)

Classification:

- international: C04B38/02; C04B24/08; C04B28/00; C04B28/26; C04B38/02; C04B24/00; C04B28/00; (IPC1-7): C04B28/26

- European: C04B24/08B; C04B28/00G; C04B28/26

Application number: WO1991EP02387 19911212

Priority number(s): DE19904040180 19901215

Also published as:



EP0561978 (A1)
EP0561978 (A0)
DE4040180 (A1)
EP0561978 (B1)

Cited documents:



EP0417582
EP0324968
EP0148280

Report a data error here

Abstract not available for WO9210440

.....
Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide



PCT
WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
Internationales Büro
INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

<p>(51) Internationale Patentklassifikation ⁵ : C04B 28/26 // (C04B 28/26 C04B 14:10, 18:08, 18:14 C04B 24:08, 38:02)</p>	A1	<p>(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 92/10440</p> <p>(43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 25. Juni 1992 (25.06.92)</p>		
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"><tr><td style="width: 50%; vertical-align: top; padding: 5px;"><p>(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP91/02387</p><p>(22) Internationales Anmeldedatum: 12. Dezember 1991 (12.12.91)</p><p>(30) Prioritätsdaten: P 40 40 180.4 15. Dezember 1990 (15.12.90) DE</p><p>(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): HÜLS TROISDORF AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE]; Postfach 1165, D-5210 Troisdorf (DE). SCHAUM CHE- MIE WILHELM BAUER GMBH & CO. KG [DE/ DE]; Hilgerstraße 20, D-4300 Essen 1 (DE).</p><p>(72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US) : MEYER, Frank [DE/ DE]; Bogenstraße 10 B, D-4300 Essen 15 (DE); RAN- DEL, Peter [DE/DE]; Im Haufeld 12, D-4018 Langen- feld (DE); RIECKES, Birgit [DE/DE]; Armeler Straße 33b, D-4250 Bottrop (DE).</p></td><td style="width: 50%; vertical-align: top; padding: 5px;"><p>(74) Gemeinsamer Vertreter: HÜLS TROISDORF AKTIEN- GESELLSCHAFT; Patentabteilung, Postfach 1165, D- 5210 Troisdorf (DE).</p><p>(81) Bestimmungsstaaten: AT (europäisches Patent), BE (euro- päisches Patent), CH (europäisches Patent), DE (euro- päisches Patent), DK (europäisches Patent), ES (euro- päisches Patent), FR (europäisches Patent), GB (euro- päisches Patent), GR (europäisches Patent), IT (europäi- sches Patent), JP, LU (europäisches Patent), MC (euro- päisches Patent), NL (europäisches Patent), SE (europäi- sches Patent), US.</p><p>Veröffentlicht Mit internationalem Recherchenbericht.</p></td></tr></table>			<p>(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP91/02387</p> <p>(22) Internationales Anmeldedatum: 12. Dezember 1991 (12.12.91)</p> <p>(30) Prioritätsdaten: P 40 40 180.4 15. Dezember 1990 (15.12.90) DE</p> <p>(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): HÜLS TROISDORF AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE]; Postfach 1165, D-5210 Troisdorf (DE). SCHAUM CHE- MIE WILHELM BAUER GMBH & CO. KG [DE/ DE]; Hilgerstraße 20, D-4300 Essen 1 (DE).</p> <p>(72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US) : MEYER, Frank [DE/ DE]; Bogenstraße 10 B, D-4300 Essen 15 (DE); RAN- DEL, Peter [DE/DE]; Im Haufeld 12, D-4018 Langen- feld (DE); RIECKES, Birgit [DE/DE]; Armeler Straße 33b, D-4250 Bottrop (DE).</p>	<p>(74) Gemeinsamer Vertreter: HÜLS TROISDORF AKTIEN- GESELLSCHAFT; Patentabteilung, Postfach 1165, D- 5210 Troisdorf (DE).</p> <p>(81) Bestimmungsstaaten: AT (europäisches Patent), BE (euro- päisches Patent), CH (europäisches Patent), DE (euro- päisches Patent), DK (europäisches Patent), ES (euro- päisches Patent), FR (europäisches Patent), GB (euro- päisches Patent), GR (europäisches Patent), IT (europäi- sches Patent), JP, LU (europäisches Patent), MC (euro- päisches Patent), NL (europäisches Patent), SE (europäi- sches Patent), US.</p> <p>Veröffentlicht Mit internationalem Recherchenbericht.</p>
<p>(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP91/02387</p> <p>(22) Internationales Anmeldedatum: 12. Dezember 1991 (12.12.91)</p> <p>(30) Prioritätsdaten: P 40 40 180.4 15. Dezember 1990 (15.12.90) DE</p> <p>(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): HÜLS TROISDORF AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE]; Postfach 1165, D-5210 Troisdorf (DE). SCHAUM CHE- MIE WILHELM BAUER GMBH & CO. KG [DE/ DE]; Hilgerstraße 20, D-4300 Essen 1 (DE).</p> <p>(72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US) : MEYER, Frank [DE/ DE]; Bogenstraße 10 B, D-4300 Essen 15 (DE); RAN- DEL, Peter [DE/DE]; Im Haufeld 12, D-4018 Langen- feld (DE); RIECKES, Birgit [DE/DE]; Armeler Straße 33b, D-4250 Bottrop (DE).</p>	<p>(74) Gemeinsamer Vertreter: HÜLS TROISDORF AKTIEN- GESELLSCHAFT; Patentabteilung, Postfach 1165, D- 5210 Troisdorf (DE).</p> <p>(81) Bestimmungsstaaten: AT (europäisches Patent), BE (euro- päisches Patent), CH (europäisches Patent), DE (euro- päisches Patent), DK (europäisches Patent), ES (euro- päisches Patent), FR (europäisches Patent), GB (euro- päisches Patent), GR (europäisches Patent), IT (europäi- sches Patent), JP, LU (europäisches Patent), MC (euro- päisches Patent), NL (europäisches Patent), SE (europäi- sches Patent), US.</p> <p>Veröffentlicht Mit internationalem Recherchenbericht.</p>			
<p>(54) Title: PROCESS FOR PRODUCING MICROPOROUS FOAM COMPOSED OF ESSENTIALLY ANORGANIC ELE- MENTS</p> <p>(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON FEINPORIGEM SCHAUM AUS IM WESENTLICHEN ANORGANISCHEN BESTANDTEILEN</p> <p>(57) Abstract</p> <p>A moulding material for producing a microporous foam product essentially composed of anorganic elements contains, be- sides components known in the art, a stone-forming solid, a hardening agent, a foaming additive, as well as surface-active amphi- philic additives for improving pore structure and solidity. As stone-forming component, a reactive solid from the group formed by (I) finely powdered, at least partially amorphous aluminium silicate containing amorphous silicium dioxide and aluminium oxide; (II) vitreous, amorphous electrofilter ashes; (III) ground calcinated bauxite; (IV) electrofilter ashes from brown coal fired power station; (V) undissolved, amorphous SiO₂, in particular from amorphous, disperse-powdery, dehydrated or aqueous sil- icic acid or from high temperature processes (silica fume); (VI) metakaolin, is used. The hardening agent is in particular a solution of alkaline silicate having 1.2-2.5 moles of SiO₂ per mole of K₂O and/or Na₂O.</p> <p>(57) Zusammenfassung</p> <p>Es wird eine Formmasse zur Herstellung eines feinporigen Schaumprodukts aus im wesentlichen anorganischen Bestand- teilen beschrieben. Die Formmasse enthält neben den an sich bekannten Komponenten steinbildenden Feststoff, Härter, schaum- bildenden Zusatz, einen Zusatz von oberflächenaktiven, amphiphilen Substanzen zur Verbesserung der Porenstruktur und der Fe- stigkeit. Als steinbildende Komponente wird insbesondere ein reaktiver Feststoff aus der Gruppe (I) feinteiliges, wenigstens teilweise amorphes Alumosilikat mit Gehalten von amorphem Siliziumdioxid und Aluminiumoxid; (II) glasartige, amorphe Elektrofilterasche; (III) gemahlener kalzinierter Bauxit; (IV) Elektrofilterasche aus Braunkohlekraftwerken; (V) ungelöstes, amorphes SiO₂, insbesondere aus einer amorphen, dispers-pulverförmigen, entwässerten oder wasserhaltigen Kieselsäure oder aus Hochtemperaturprozessen (Silica Fume); (VI) Metakaolin, eingesetzt. Der Härter ist insbesondere eine Alkalisili- katlösung mit 1,2-2,5 Mol SiO₂ je Mol K₂O und/oder Na₂O.</p>				

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Code, die zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AT	Österreich	ES	Spanien	ML	Mali
AU	Australien	FI	Finnland	MN	Mongolei
BB	Barbados	FR	Frankreich	MR	Mauritanien
BE	Belgien	GA	Gabon	MW	Malawi
BF	Burkina Faso	GB	Vereinigtes Königreich	NL	Niederlande
BG	Bulgarien	GN	Guinea	NO	Norwegen
BJ	Benin	GR	Griechenland	PL	Polen
BR	Brasilien	HU	Ungarn	RO	Rumänien
CA	Kanada	IT	Italien	SD	Sudan
CF	Zentrale Afrikanische Republik	JP	Japan	SE	Schweden
CG	Kongo	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SN	Senegal
CH	Schweiz	KR	Republik Korea	SU ⁺	Soviet Union
CI	Côte d'Ivoire	LI	Liechtenstein	TD	Tschad
CM	Kamerun	LK	Sri Lanka	TG	Togo
CS	Tschechoslowakei	LU	Luxemburg	US	Vereinigte Staaten von Amerika
DE	Deutschland	MC	Monaco		
DK	Dänemark	MG	Madagaskar		

+ Die Bestimmung der "SU" hat Wirkung in der Russischen Föderation. Es ist noch nicht bekannt, ob solche Bestimmungen in anderen Staaten der ehemaligen Sowjetunion Wirkung haben.

Verfahren zur Herstellung von feinporigem Schaum aus im wesentlichen anorganischen Bestandteilen

Technisches Gebiet

Die Erfindung betrifft eine Formmasse - bzw. die aus mehreren Teilen bestehende Zusammenstellung der Komponenten - zur Herstellung eines festen Schaumprodukts entsprechend dem Oberbegriff des Anspruchs 1, das Verfahren zur Herstellung eines feinporigen, festen Schaumprodukts sowie das nach diesem Verfahren hergestellte feinporige Schaumprodukt.

Stand der Technik

Aus der EP-B1 0 148 280 (= US-A 4,533,393) sind Schaumstoffe mit weitgehend geschlossenen Poren aus wasserhaltigen, härtbaren anorganischen Formmassen bekannt. Die Formmasse enthält eine Alkalisilikatlösung, Füllstoffe, Schäummittel und einen mit der Alkalisilikatlösung reaktionsfähigen Feststoff, der als wenigstens teilweise amorphes, pulverförmiges Alumosilikat mit Gehalten von amorphem Siliziumdioxid und Aluminiumoxid z. B. bei der Herstellung von Elektrokorund als Ofenfilterstaub anfällt.

Nach der EP-B1 0 199 941 (= US-A 4,681,631) können als weitere reaktionsfähige Feststoffe auch eine glasartig amorphe Elektrofilterasche mit 45 bis 60 Gew.-% SiO_2 -Glas, 25 bis 35 Gew.-% Al_2O_3 neben Eisenoxid sowie gemahlener kalzinierter Bauxit verwendet werden, wobei die Elektrofilterasche aus Hochtemperatur-Steinkohlekraftwerken stammt. Auch Elektrofilterasche aus modernen Braunkohlekraftwerken (DE-OS 39 30 502) ist als reaktionsfähiger Feststoff brauchbar sowie Metakaolin nach der FR-PS 2 512 805 und FR-PS 2 512 806, wobei dem Metakaolin ggf. Portlandzement zugesetzt sein kann.

Aus der EP-A1 0 324 968 (= WO 89/05783) ist eine Formmasse zur Herstellung eines anorganischen, weitgehend geschlossenenporigen Schaumprodukts bekannt, die durch Zusatz bestimmter Reaktionsbeschleuniger in kurzer Zeit aufschäumt und aushärtet. Als anorganische, steinbildende Komponente werden Oxidgemische mit Gehalten von amorphem SiO_2 und Aluminiumoxid, glasartig amorphe

Elektrofilterasche, kalzinierter Bauxit oder ungelöstes amorphes SiO_2 aus einer amorphen, dispers-pulverförmigen Kieselsäure verwendet. Der Härter besteht aus einer wäßrigen Lösung von Alkalisilikaten.

5

Die eingangs genannten reaktionsfähigen Feststoffe reagieren - meist unter Selbsterwärmung - mit Alkalisilikatlösungen, wodurch die Bildung von festen Formkörpern innerhalb kurzer Zeit ausgelöst wird.

10

Die nach dem genannten Stand der Technik erzeugten Schaumstoffe sind in der Regel überwiegend geschlossenporig, können aber durch Zusatz von Eiweißverbindungen (DE-OS 39 30 501) auch offenporig ausgebildet werden.

15

Bei den bisher bekannt gewordenen Formmassen beobachtet man bei Zugabe von zu großen Mengen des Schäummittels ein Kollabieren des Schaumes vor der Aushärtung, so daß besonders leichte Schäume mit ausreichender Festigkeit nicht hergestellt werden können. Weiterhin weisen diese Schäume z.T. relativ große Poren und eine für bestimmte Anwendungen ungenügendes Verhältnis von Festigkeit zu Raumgewicht auf.

Aufgabe

25 Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher, eine gattungsgemäße Formmasse - bzw. Zusammenstellung der Komponenten zu deren Herstellung - zur Verfügung zu stellen, die zu leichten Schäumen mit hoher Festigkeit und feiner Porenstruktur führt. Insbesondere soll das Verhältnis aus Festigkeit zur Dichte
30 (Raumgewicht) verbessert werden. Ein weiteres Anliegen der Erfindung ist es, Formmassen zur Herstellung besonders leichter Schaumkörper zur Verfügung zu stellen.

Darstellung der Erfindung

35 Die Erfindung löst diese Aufgabe entsprechend dem Anspruch 1 durch den Zusatz einer oberflächenaktiven, amphiphilen Substanz in einer zur Beeinflussung der Porenstruktur und/oder Festigkeit ausreichenden Menge, bevorzugt in Mengen von 0,1 - 5

Gew.-%, insbesondere 0,2 - 1 Gew.-%, jeweils bezogen auf die gesamte Formmasse.

Unter "Zusammenstellung" im Sinne der Erfindung wird die Summe
5 der noch nicht (vollständig) vermischten Komponenten der Formmasse verstanden.

Als oberflächenaktive, amphiphile Substanzen können gebräuch-
liche Emulgatoren und Tenside eingesetzt werden, soweit sie im
10 alkalischen Bereich stabil sind. Beispiele hierfür sind Alkyl-
polyethylenglykoether (MARLIPAL^R 1618/25), Oxoalkohol (MARLI-
PAL^R 013/70), Natriumalkylbenzolsulfonat (MARLON^R A350),
Fettalkohol-(C₁₂-C₁₄)polyethylenglykol-(2EO)ethersulfat-Natri-
umsalz (MARLINAT^R 242/70). Als besonders wirksam haben sich
15 jedoch Salze von mehrwertigen Metallen und Fettsäuren, insbe-
sondere Stearate wie Zink-, Magnesium-, Kalzium- und Alumi-
niumstearat erwiesen, von denen besonders Kalzium- und Alumini-
umstearat wegen ihrer guten Handhabbarkeit und Wirksamkeit
bevorzugt werden.

20

Als anorganische steinbildende Komponente wird erfindungsgemäß
ein mit einer Alkalisilikatlösung in exothermer, anorganischer
Reaktion aushärtender Feststoff eingesetzt. Nicht geeignet im
Sinne der Erfindung sind dabei Zement und ähnliche Stoffe, die
25 mit Wasser reagieren und mit dem erfindungsgemäßen Härter in
einer sog. Puzzolan-Reaktion reagieren. Bevorzugt wird ein
reaktiver Feststoff oder ein Feststoffgemisch aus der Gruppe

I feinteiliges, wenigstens teilweise amorphes Alumosilikat
30 mit Gehalten von amorphem Siliziumdioxid und Aluminium-
oxid,

II glasartige, amorphe Elektrofilterasche,

III gemahlener, kalzinierter Bauxit

IV Elektrofilterasche aus Braunkohlekraftwerken,

35 V ungelöstes, amorphes SiO₂, insbesondere aus einer amor-
phen, dispers-pulverförmigen, entwässerten oder wasserhal-
tigen Kieselsäure oder aus Hochtemperaturprozessen (Silica
Fume),

VI Metakaolin.

Bei diesen reaktiven Feststoffen wird durch den Einsatz der amphiphilen oberflächenaktiven Substanzen eine besonders signifikante Erhöhung der relativen, d. h. auf die Dichte bezogenen Festigkeit erreicht.

Als wasserhaltige zweite Komponente (Härter), der die Reaktion mit der steinbildenden ersten Komponente im alkalischen Bereich bewirkt, wird bevorzugt eine Alkalisilikatlösung mit 1,2 bis 2,5 Mol SiO_2 je Mol K_2O und/oder Na_2O eingesetzt. In den Alkalisilikatlösungen ist K_2O gegenüber Na_2O bevorzugt. Die Alkalisilikatlösungen sollen Alkali im Überschuß enthalten ("alkalische Alkalisilikatlösung"). Solche Alkalisilikatlösungen können durch Auflösen von amorpher, dispers-pulverförmiger, wasserhaltiger Kieselsäure, der sogenannten gefällten Kieselsäure, erzeugt werden. Dabei wird bevorzugt eine Lösung der Alkalihydroxide oder festes Alkalihydroxid unter Zusatz von Wasser mit der gefällten Kieselsäure zur Reaktion gebracht. Anstelle der gefällten Kieselsäure kann auch amorphes SiO_2 aus Hochtemperaturprozessen (Silica Fume) verwendet werden.

Besonders bevorzugt wird eine Mischung aus einer Kali- oder Natronwasserglaslösung und ca. 50 Gew.-%-iger Kalilauge, wobei wasserarme Mischungen anzustreben sind. Ein solcher Härter wird von der Firma Hüls Troisdorf AG unter der Bezeichnung TROLIT R Härter vertrieben.

Die erfindungsgemäße Formmasse enthält bevorzugt zusätzlich Füllstoffe wie Flugasche, Blähton, Perlit, Glimmer, Quarzmehl, Basaltmehl, Talkum, Foamglas oder dergleichen, bzw. deren Mischungen, bevorzugt in Mengen von bis zu 75 Gew.-%, insbesondere von 4 - 40 Gew.-%, bezogen auf den Gesamtansatz, bzw. bis zu 300 Gew.-Teilen, insbesondere von 5-100 Gew.-Teilen je 100 Gew.-Teile der steinbildenden Komponente.

Soweit organische Bestandteile im Endprodukt nicht störend sind, können auch Kunstharze zugesetzt werden, um die mechanischen Eigenschaften insbesondere von besonders leichten Schäumen zu verbessern.

Die steinbildende Komponente wird bevorzugt in einer Menge von 0,4-4 Gew.-Teile je Gew.-Teil der Alkalisilikatlösung eingesetzt.

5

Die Verschäumungsmittel und deren Mengen sind aus dem Stand der Technik bekannt, wobei einerseits Peroxide, vorzugsweise Wasserstoffperoxid in wäßriger Lösung, Natriumperborat und ggf. weitere Peroxide bzw. bei Zersetzung Sauerstoff oder andere Gase abgebende Mittel in vergleichsweise großen Mengen möglich sind und andererseits durch Alkali zersetzbares Metallpulver, wie insbesondere Aluminium, in vergleichsweise kleinen Mengen zugesetzt werden kann. Wasserstoffperoxid wird bevorzugt als etwa 10 Gew.-%-ige wäßrige Lösung in Mengen bis ca. 7 Gew.-%, bezogen auf die Formmasse, eingesetzt. Die zur Erzielung eines gewünschten Raumgewichtes benötigten Mengen an Verschäumungsmittel können durch einfache Versuche ermittelt werden, wobei zu beachten ist, daß der Schaum nicht kollabiert.

10

Wird ein Feststoff als Verschäumungsmittel eingesetzt, insbesondere Aluminiumpulver, wird es im trockenen Zustand unter den reaktionsfähigen Feststoff gemischt. Beim Einsatz von H_2O_2 als Verschäumungsmittel wird dieses jedoch erst als letzte Komponente zugegeben.

25

Durch Zusatz der aus der DE-OS 39 30 501 bekannten organischen Verbindungen, die im alkalischen Bereich nicht beständig sind, lassen sich besonders leichte, offen- und feinporige Schaumstoffkörper mit Dichten bis unter 100 kg/m^3 herstellen.

30

Durch die erfindungsgemäßen Formmassen ist erstmals die Herstellung besonders leichter anorganischer Schäume mit Dichten auch unter 100 kg/m^3 , insbesondere unter 200 kg/m^3 , mit relativ hoher Festigkeit, insbesondere einer relativen Druckfestigkeit $> 0,55 \text{ Nm/g}$, und einer mittleren Porengröße $< 1,5 \text{ mm}$ möglich. Die erfindungsgemäßen Schäume weisen weiterhin eine besonders feine Porenstruktur und ein überlegenes Warmedämmvermögen auf. Durch die sehr hohe Temperaturbelastbarkeit bis über 1200°C -

35

kurzzeitig bis 1500 °C - sind sie als Brandschutzmaterialien prädestiniert.

Bester Weg zur Ausführung der Erfindung und Vergleichsversuche
5 Beispiele 1-14

Als Feststoff wurde ein Gemisch aus

63 Gew.-% eines amorphen, pulverförmigen Oxidgemisches mit
Gehalten von amorphem Siliziumdioxid und Alumi-
niumoxid (Alumosilikat), wie er als Ofenfilter-
staub bei der Herstellung von Elektrokorund
10 anfällt (steinbildende Komponente),

13 Gew.-% Glimmer

20 Gew.-% Talkum

2 Gew.-% Glasfasern und

15 2 Gew.-% Farbstoff eingesetzt.

Diese Feststoffmischung ist unter der Bezeichnung "TROLIT^R
Feststoff" von der Firma Hüls Troisdorf AG zu beziehen.

Der Härter (TROLIT^R Härter) besteht aus

20 70 Gew.-% Natronwasserglaslösung 40/42° Baumé und

30 Gew.-% 50 %-ige Kalilauge.

Die in der Tabelle angegebenen Versuche werden jeweils mit
gleichen Mengen Feststoff und Härter durchgeführt, wobei der
25 Anteil des Schäummittels (10 Gew.-%-iges H₂O₂) und die amphi-
phile Substanz (Al-Stearat bzw. Ca-Stearat) variiert wurden.
Gemessen wurde bei jeder Probe nach vollständiger Aushärtung
die Dichte und die Druckfestigkeit nach DIN 53241, woraus die
relative Druckfestigkeit bestimmt wurde. Die Versuche 3, 6, 9
30 und 12 stellen Vergleichsversuche dar.

Insbesondere die Proben mit Ca-Stearat wiesen bei gleicher
Menge Schäummittel deutlich geringere Dichten bei gleichzeitig
verbesserter Druckfestigkeit auf. Bei den Proben mit Al-Stearat
35 wurde besonders die Druckfestigkeit verbessert. Von besonderer
Bedeutung ist die verbesserte relative Druckfestigkeit (Druck-
festigkeit/Dichte) bei allen erfindungsgemäßen Proben sowie die
Möglichkeit, auch Schaumkörper mit besonders geringer Dichte
herzustellen (Proben 13 und 14).

Beispiel 15

Für dieses Beispiel wurde als Feststoff ein Gemisch aus

- 65 Gew.-% eines amorphen, pulverförmigen Oxidgemisches mit
 5 Gehalten von amorphem Siliziumdioxid und Alumi-
 niumoxid (Alumosilikat), wie er als Ofenfilter-
 staub bei der Herstellung von Elektrokorund
 anfällt (steinbildende Komponente),
 14 Gew.-% Glimmer und
 10 21 Gew.-% Talkum eingesetzt (TROLIT^R Feststoff).

Der Härter (TROLIT^R Härter) bestand aus

- 70 Gew.-% Natronwasserglaslösung 40/42° Baumé und
 30 Gew.-% 50 %-ige Kalilauge.

15

- Mit einem Handmischer wurden zunächst 520 g Feststoff, 19,6 g
 Glasfasern (6 mm Länge) und 9,8 g Alkylpolyethylenglykoether
 (MARLIPAL^R 1618/25) als amphiphile Substanz innig gemischt.
 Anschließend wurden 420 g des Härters zugegeben und mit dem
 20 Feststoff zu einer homogenen Suspension verarbeitet. Zum Schluß
 wurden 40 g 10 Gew.-%-iges H₂O₂ als Schaumbildner eingerührt.
 Nach ca. 10 s begann die Aufschäumung durch Zersetzung des
 H₂O₂. Nach 10 min. war die Aufschäumung abgeschlossen, wobei
 sich die Formmasse durch die Zersetzungsreaktion des H₂O₂ auf
 25 ca. 40 °C erwärmt hatte. Hierdurch wurde die exotherme Reaktion
 zwischen Feststoff und Härter gestartet. Nach insgesamt 60 min.
 war der Schaumstoff fest und erreichte nach ca. 2 h 80 % seiner
 Endfestigkeit. Die Probe wurde noch 4 Tage bei Raumtemperatur
 vollständig getrocknet und anschließend mit folgenden Werten
 30 ausgemessen:

Dichte	:	519 [kg/m ³]
Druckfestigkeit nach DIN 53 421	:	2,28 [N/mm ²]
mittlerer Porendurchmesser	:	0,9 [mm]

35 Beispiel 16

Es wurde wie in Beispiel 15 ein Schaumstoffkörper hergestellt,
 wobei jedoch als amphiphile Substanz 9,8 g 1-Methyl-2-alkyl-3-
 alkylamido-ethylimidazolinium-methosulfat (MARLOSOFT^R IQ 75)
 eingesetzt wurde. Als physikalische Werte wurden ermittelt:

8

Dichte	:	492 [kg/m ³]
Druckfestigkeit nach DIN 53 421	:	2,52 [N/mm ²]
mittlerer Porendurchmesser	:	0,75 [mm]

5. Vergleichsbeispiel 17

Es wurde wie in Beispiel 15 ein Schaumstoffkörper hergestellt, wobei jedoch keine amphiphile Substanz zugegeben wurde. Als physikalische Werte wurden ermittelt:

Dichte	:	533 [kg/m ³]
10 Druckfestigkeit nach DIN 53 421	:	1,2 [N/mm ²]
mittlerer Porendurchmesser	:	3 [mm]

Tabelle

Probe	TROLIT® Feststoff	TROLIT® Härter	H ₂ O ₂ 10Gew.-%	Ca-Stearat	Al-Stearat	Dichte	Druckfestig- keit DIN 53421	relative Druck- festigkeit
Einheit	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[kg/m ³]	[N/mm ²]	[Nm/g]
1	128	90	10	1,78	--	458	2,16	4,72
2	128	90	10	--	1,78	423	2,38	5,63
3	128	90	10	--	--	504	1,52	3,02
4	128	90	15	1,78	--	261	0,66	2,53
5	128	90	15	--	1,78	325	0,85	2,62
6	128	90	15	--	--	300	0,44	1,47
7	128	90	20	1,78	--	187	0,33	1,78
8	128	90	20	--	1,78	239	0,40	1,67
9	128	90	20	--	--	239	0,23	0,96
10	128	90	25	1,78	--	145	0,12	0,83
11	128	90	25	--	1,78	203	0,26	1,28
12	128	90	22,5*	--	--	202	0,11	0,54
13	128	90	30	1,78	--	133	0,08	0,60
14	128	90	30	--	1,78	145	0,08	0,55

* Bei Zugabe von mehr als 22,5 g H₂O₂ kollabierte der Schaum.

Patentansprüche

1. Formmasse oder aus mehreren Teilen bestehende Zusammenstellung der Komponenten zur Herstellung eines festen Schaumproduktes,

- mit einer anorganischen, steinbildenden Komponente,
- einer wasserhaltigen zweiten Komponente, die die Härungsreaktion der steinbildenden Komponente im alkalischen Bereich bewirkt,
- sowie mit einer schaubildenden Komponente,

gekennzeichnet durch den Zusatz einer oberflächenaktiven, amphiphilen Substanz in einer zur Beeinflussung der Porenstruktur und/oder Festigkeit ausreichenden Menge.

2. Formmasse oder Zusammenstellung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als amphiphile Substanz 0,1-5 Gew.-%, bezogen auf die Formmasse, eines Stearats aus der Gruppe Zink-, Magnesium-, Kalzium- und Aluminiumstearat eingesetzt wird.

3. Formmasse oder Zusammenstellung nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die steinbildende Komponente einen oder mehrere reaktionsfähige Feststoffe aus der Gruppe

I feinteiliges, wenigstens teilweise amorphes Aluminosilikat mit Gehalten von amorphem Siliziumdioxid und Aluminiumoxid,

II glasartige, amorphe Elektrofilterasche,

III gemahlener kalzinierter Bauxit,

IV Elektrofilterasche aus Braunkohlekraftwerken,

V ungelöstes, amorphes SiO_2 , insbesondere aus einer amorphen, dispers-pulverförmigen, entwässerten oder wasserhaltigen Kieselsäure oder aus Hochtemperaturprozessen (Silica Fume),

VI Metakaolin

enthält.

4. Formmasse oder Zusammenstellung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, *dadurch gekennzeichnet*, daß als wasserhaltige zweite Komponente (Härter) eine Alkalisilikatlösung mit 1,2 bis 2,5 Mol SiO_2 je Mol K_2O und/oder Na_2O eingesetzt wird.
5
5. Formmasse oder Zusammenstellung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, *gekennzeichnet durch* einen Füllstoffgehalt von 5 bis 100 Gew.-Teilen je 100 Gew.-Teile der steinbildenden Komponente.
10
6. Formmasse oder Zusammenstellung nach Anspruch 4, *dadurch gekennzeichnet*, daß 0,4 - 4,0 Gew.-Teile der steinbildenden Komponente je Gew.-Teil der Alkalisilikatlösung enthalten sind.
15
7. Verfahren zur Herstellung eines feinporigen, festen Schaumproduktes, *gekennzeichnet durch* die Verwendung einer oberflächenaktiven, amphiphilen Substanz in einer zur Beeinflussung der Porenstruktur und/oder Festigkeit ausreichenden Menge in einer Formmasse, enthaltend eine anorganische, steinbildende Komponente, eine wasserhaltige zweite Komponente, die die Härtungsreaktion der steinbildenden Komponente im alkalischen Bereich bewirkt, und eine
20
25
schaumbildende Komponente.
8. Verfahren nach Anspruch 7, *gekennzeichnet durch* die Verwendung einer organischen, sich im alkalischen Bereich zersetzenden Substanz in einer die Offenporigkeit beeinflussenden Menge.
30
9. Feinporiges Schaumprodukt, hergestellt durch ein Verfahren nach Anspruch 7 oder 8, *gekennzeichnet durch* eine Dichte $< 200 \text{ [kg/m}^3\text{]}$, einer relativen Druckfestigkeit $> 0,55 \text{ [Nm/g]}$ und einem mittleren Porendurchmesser $< 1,5 \text{ [mm]}$.
35

10. Verwendung einer oberflächenaktiven, amphiphilen Substanz in einer Formmasse zur Herstellung eines festen Schaumproduktes, wobei die Formmasse

- eine anorganische, steinbildende Komponente,
- eine wasserhaltige zweite Komponente, die die Här-
tungsreaktion der steinbildenden Komponente im alka-
lischen Bereich bewirkt,
- sowie eine schaumbildende Komponente

enthält, als Zusatz zur Beeinflussung der Festigkeit des
aus der Formmasse hergestellten Schaumproduktes.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No PCT/EP 91/02387

I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER (If several classification symbols apply, indicate all) *		
According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC Int.Cl. 5 C 04 B 28/26; 77(C 04 B 28/26, 14:10, 18:08, 18:14, 24:08 38:02)		
II. FIELDS SEARCHED		
Minimum Documentation Searched ⁷		
Classification System	Classification Symbols	
Int.Cl. ⁵	C 04 B	
Documentation Searched other than Minimum Documentation to the extent that such Documents are included in the Fields Searched ⁸		
III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT ⁹		
Category ¹⁰	Citation of Document, ¹¹ with indication, where appropriate, of the relevant passages ¹²	Relevant to Claim No. ¹³
P, Y	EP, A, 0 417 582 (HÜLS TROISDORF A.G.) 20 March 1991 cited in the application see claims 1-6	1, 3, 4-10
Y	CHEMICAL ABSTRACTS, volume 102, No. 8, 25 February 1985, Columbus, Ohio, US; abstract No. 66512Z, page 278; see abstract & RO, A, 82 545 (INSTITUTUL DE CERCETARI SI PROTECTARI PENTRU INDUSTRIA MATERIALELOR DE CONSTRUCTII) 30 September 1983	1, 3, 4-10
Y	WORLD PATENTS INDEX Week 7648, Derwent Publications Ltd, London, GB; AN 76-89324X & JP, A, 50 084 623 (ABE K.) 8 July 1975 see abstract	1-10
Y	EP, A, 0 324 968 (HÜLS TROISDORF A.G.) 26 July 1989 cited in the application see claim 1	1-10
A	EP, A, 0 148 280 (DYNAMIT NOBEL A.G.) 17 July 1985 cited in the application see claims	1, 3-10
<p>* Special categories of cited documents: ¹⁴</p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> <p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.</p> <p>"A" document member of the same patent family</p>		
IV. CERTIFICATION		
Date of the Actual Completion of the International Search	Date of Mailing of this International Search Report	
17 March 1992 (17.03.92)	24 March 1992 (24.03.92)	
International Searching Authority	Signature of Authorized Officer	
European Patent Office		

**ANNEX TO THE INTERNATIONAL SEARCH REPORT
ON INTERNATIONAL PATENT APPLICATION NO.**

EP 9102387
SA 54247

This annex lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report.
The members are as contained in the European Patent Office EDP file on
The European Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information. 17/03/92

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP-A-0417582	20-03-91	DE-A- 3930501 JP-A- 3103378	21-03-91 30-04-91
RO-A-82545		None	
EP-A-0324968	26-07-89	DE-A- 3744210 AU-A- 2922889 WO-A- 8905783 EP-A- 0374195	06-07-89 19-07-89 29-06-89 27-06-90
EP-A-0148280	17-07-85	DE-A- 3246602 DE-A- 3246604 DE-A- 3246619 JP-A- 59116163 US-A- 4533393	20-06-84 20-06-84 20-06-84 04-07-84 06-08-85

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 91/02387

I. KLASSIFIKATION DES ANMELDUNGSGEGENSTANDS (bei mehreren Klassifikationssymbolen sind alle anzugeben) ⁶ Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC Int.Kl. 5 C04B28/26; //(C04B28/26, 14:10, 18:08, 18:14, 24:08, 38:02)		
II. RECHERCHIERTE SACHGEBIETE Recherchierte Mindestprüfstoff ⁷		
Klassifikationssystem	Klassifikationssymbole	
Int.Kl. 5	C04B	
Recherchierte nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Sachgebiete fallen ⁸		
III. EINSCHLAGIGE VERÖFFENTLICHUNGEN ⁹		
Art. ¹⁰	Kennzeichnung der Veröffentlichung ¹¹ , soweit erforderlich unter Angabe der maßgeblichen Teile ¹²	Betr. Anspruch Nr. ¹³
P, Y	EP, A, 0 417 582 (HULS TROISDORF A.G.) 20. März 1991 in der Anmeldung erwähnt siehe Ansprüche 1-6	1, 3, 4-10
Y	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 102, no. 8, 25. Februar 1985, Columbus, Ohio, US; abstract no. 66512Z, Seite 278; siehe Zusammenfassung & RO, A, 82 545 (INSTITUTUL DE CERCETARI SI PROIECTARI PENTRU INDUSTRIA MATERIALELOR DE CONSTRUCTII) 30. September 1983	1, 3, 4-10
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div> <p>¹⁰ Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen¹⁰:</p> <p>"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist</p> <p>"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</p> <p>"I" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)</p> <p>"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht</p> <p>"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist</p> </div> <div> <p>"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis der der Erfindung zugrundeliegenden Prinzipie oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist</p> <p>"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden</p> <p>"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist</p> <p>"Z" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist</p> </div> </div>		
IV. BESCHEINIGUNG		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche 17. MAERZ 1992		Absenddatum des internationalen Recherchenberichts 24. 03. 92
Internationale Recherchenbehörde EUROPAISCHES PATENTAMT		Unterschrift des bevollmächtigten Bediensteten THEODORIDOU E. <i>[Signature]</i>

III. EINSCHLAGIGE VERÖFFENTLICHUNGEN (Fortsetzung von Blatt 2)

Art °	Kannzeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der maßgeblichen Teile	Betr. Anspruch Nr.
Y	WORLD PATENTS INDEX Week 7648, Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 76-89324X & JP A, 50 084 623 (ABE K.) 8. Juli 1975 siehe Zusammenfassung	1-10
Y	EP, A, 0 324 968 (HULS TROISDORF A.G.) 26. Juli 1989 in der Anmeldung erwähnt siehe Anspruch 1	1-10
A	EP, A, 0 148 280 (DYNAMIT NOBEL A.G.) 17. Juli 1985 in der Anmeldung erwähnt siehe Ansprüche	1,3-10

**ANHANG ZUM INTERNATIONALEN RECHERCHENBERICHT
ÜBER DIE INTERNATIONALE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 9102387
SA 54247

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten internationalen Recherchenbericht angeführten Patentedokumente angegeben.
Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am 17/03/92.
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

17/03/92

Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP-A-0417582	20-03-91	DE-A- 3930501 JP-A- 3103378	21-03-91 30-04-91
RO-A-82545		Keine	
EP-A-0324968	26-07-89	DE-A- 3744210 AU-A- 2922889 WO-A- 8905783 EP-A- 0374195	06-07-89 19-07-89 29-06-89 27-06-90
EP-A-0148280	17-07-85	DE-A- 3246602 DE-A- 3246604 DE-A- 3246619 JP-A- 59116163 US-A- 4533393	20-06-84 20-06-84 20-06-84 04-07-84 06-08-85

EPO FORM P0473